

**Bibliographic Information**

**Separation of dichlorobenzene isomers.** Hashimoto, Makoto; Yoshida, Norikazu. (Nippon Kayaku Co., Ltd., Japan). Jpn. Kokai Tokkyo Koho (1979), 3 pp. CODEN: JKXXAF JP 54160322 19791219 Showa. Patent written in Japanese. Application: JP 78-67818 19780607. CAN 93:26076 AN 1980:426076 CAPLUS (Copyright 2003 ACS on SciFinder (R))

**Patent Family Information**

<u>Patent No.</u> <u>No.</u>	<u>Kind</u> <u>Date</u>	<u>Date</u>	<u>Application</u>
JP 54160322 1978-67818	A2 19780607	19791219	JP

Priority Application

JP 1978-67818	19780607
---------------	----------

**Abstract**

m- And p-Cl<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub> were sepd. by extractive distn. from sulfolane, decanol, o-, m-, or p-cresol, isolating m-Cl<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub> first, and sepg. p-Cl<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub> by distn. from the above solvent. Thus, an equimolar mixt. of m- and p-Cl<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub> was passed into a distn. column at 100 kg/L, to which was also supplied sulfolane, m-Cl<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub> of >99% purify was extd. as vapors, the residue condensed and refluxed at 20:1 to give addnl. m-Cl<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>, and p-Cl<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub> of >95% was sepd. by distn. of a mixt. of sulfolane with p-Cl<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub> from the bottom of the column.

## ⑫公開特許公報(A)

昭54—160322

⑪Int. Cl.<sup>2</sup>  
C 07 C 25/08  
C 07 C 17/38

識別記号 ⑫日本分類  
16 C 21

庁内整理番号 ⑬公開 昭和54年(1979)12月19日  
7118—4H

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑭ジクロロベンゼン異性体の分離方法

⑯発明者 吉田範和  
与野市上落合1039

⑰特 願 昭53—67818

⑱出 願 人 日本化薬株式会社  
東京都千代田区丸の内一丁目2  
番1号

⑲出 願 昭53(1978)6月7日

⑳発 明 者 橋本真

㉑代 理 人 弁理士 竹田和彦

東京都練馬区下石神井1—10—  
13

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

ジクロロベンゼン異性体の分離方法

## 2. 特許請求の範囲

メタ及びパラジクロロベンゼンの混合物からスルホラン、デシルアルコール、オルソクレゾール、メタクレゾール又はパラクレゾールからなる群より選ばれた溶剤を用いて抽出蒸留を行うことにより、メタジクロロベンゼンを単離し、次いでパラジクロロベンゼンを上記溶剤から蒸留によつて分離することを特徴とするジクロロベンゼン異性体の分離方法。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は特定の溶剤を使用する抽出蒸留法によつてメタ及びパラジクロロベンゼンを分離する方法に関するものである。

さらに詳しくはメタ及びパラジクロロベンゼンの混合物からスルホラン、デシルアルコール、オルソクレゾール、メタクレゾール又はパラクレゾールからなる群より選ばれた溶剤を用いて抽出蒸

留を行うことにより、メタジクロロベンゼンを単離し、次いでパラジクロロベンゼンを上記溶剤から蒸留によつて分離することを特徴とするジクロロベンゼン異性体を分離する方法に関する。

ベンゼンの塩素化によつてジクロロベンゼンを製造する場合、オルソ、メタ、パラ3種類の異性体の混合物を生ずる。主な物性は以下の通りである。

	沸 点	融 点
オルソジクロロベンゼン	179.0℃	-17.6℃
メタジクロロベンゼン	173.0	-24.8
パラジクロロベンゼン	173.9	+53

上にみる如くオルソジクロロベンゼンは沸点が他の異性体と異なるため、蒸留によつて容易に分離可能である。

しかしメタジクロロベンゼンとパラジクロロベンゼンとでは沸点差が非常に少いため、蒸留によつて両者を分離することは、多大の還流比及び理論段数を必要とし、経済的に不利である。

次に晶析法によつてメタジクロロベンゼンの純

品を得ることはメタパラ共融体（メタ-88%）の存在のために、原液中のメタジクロロベンゼンの濃度が88%以下の場合には不可能である。

又、分子篩を使用する吸着法は、吸着剤には寿命が短かく再生処理をする必要があるため、難点がある。

そこで適当な溶剤を使用する抽出蒸留法が考えられる。

抽出蒸留によりメタジクロロベンゼンとパラジクロロベンゼンを分離する方法としては特開昭50-19722の方法があるが、ここで用いられる溶剤は誘電率が20以上かつ双極子能率が3.0デバイより大きい極性溶媒であつて本発明で使用する溶剤とは異なるものである。さらに特開昭50-19722号の実施例に用いられているものの中には毒性の点で使用が困難なものもある。

そこで本発明者等は、上記の難点を回避し、蒸留の段数を減らし経済的に有利なプロセスを構成するように多くの実験を行つた結果スルホラン、デシルアルコール、オルソクレゾール、メタクレ

ゾール又はパラクレゾールを用いればメタ及びパラジクロロベンゼンの比揮発度が高く、両者の分離にはきわめて適していることを見出した。

メタ及びパラジクロロベンゼンの量混合物を絶対圧100mmHgの下で、種々の溶剤を加えて比揮発度を測定した（溶剤/ジクロロベンゼンのモル比は2である。）結果を以下に示す。

溶 剤	メタ及びパラジクロロベンゼンの比揮発度
スルホラン	1.15
デシルアルコール	1.11
オルソクレゾール	1.08
メタクレゾール	1.14
パラクレゾール	1.07

本発明の方法において、溶剤/メタ及びパラジクロロベンゼン混合物の比は任意に選択することができが一般的には溶媒の性質と蒸留の効率に関係する。本発明においては好ましくはこの比が1～5の範囲で行なえばよい。

抽出蒸留の際の圧力は溶剤が高沸点においても化学的に安定なものであれば大気圧下ではメタジクロ

ロベンゼンとパラジクロロベンゼンの混合物の比揮発度が低下し蒸留の効率を低下させるおそれがあるので、特に制限はされないが減圧下で行なうのが好ましい。

本発明の方法によつて分離して得られたパラジクロロベンゼン及びメタジクロロベンゼンの純度は極めて高く、染料、農薬、医薬の中間体として極めて有用である。

本発明による分離方法は通常の抽出蒸留法によつて行われるが、その実施態様を実施例及び添付図面によつて説明すると以下の通りである。

#### 実施例

メタ及びパラジクロロベンゼンの等量混合物を毎時100ℓの流量で流路1を通じて蒸留塔2に供給する。蒸留塔は直径750mm、高さ25mで金網充填物を充填してある。

塔頂より流路3を通じて、スルホランを供給する。メタジクロロベンゼン（純度99%以上）は流路4より蒸気として抜出され、コンデンサー5で凝縮後、1部は還流比20で流路6を通じて塔

頂に還流され、残りは製品メタジクロロベンゼンとして流路7より取得される。

塔底液は殆どパラジクロロベンゼンとスルホランの混合物であつて、蒸留用の熱量はリボイラー8で供給される。

塔底液は流路9を通つて蒸留塔10に供給される。塔10は直径400mm、高さ5mで、充填物を充填してある。

パラジクロロベンゼン（純度95%以上）は塔頂より流路11を経て蒸気として取出され、コンデンサー12で凝縮後、1部は還流比5で流路13を通じて塔頂に還流され、残りは製品パラジクロロベンゼンとして流路14より取得される。

塔底液はスルホランであつて、蒸留用の所要熱量はリボイラー15で供給される。

スルホランは流路16を経て塔底より取出され、補充用の新規スルホラン17と共に流路3より蒸留塔2の塔頂に循環される。

スルホランの代わりに溶剤としてデシルアルコール又はメタクレゾールを使用し、上記と同様に抽

出蒸溜を行なつても高純度のメタジクロロベンゼン及びパラジクロロベンゼンを得ることができる。

図面の簡単な説明

添附の図面は本発明の実施するためのフローシートであり、図中 2 及び 10 は蒸溜塔を示す。

特許出願人 日本化薬株式会社

